

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-175951

(43)Date of publication of application : 02.07.1999

(51)Int.Cl.

G11B 5/70
G11B 5/84

(21)Application number : 09-343480

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 12.12.1997

(72)Inventor : UENO TOMOSHI
NAKAYAMA HIDEHIKO

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the quality of the reproduced output and to reduce the chances of having a drop out by making a center line average roughness Ra and a skewness Rsk of a magnetic layer measured by a laser optical interference surface roughness meter to be within a specific range at the surface of the layer, which includes ferromagnetic powder and binders on a non-magnetic supporting body, and making the slice level, at which a load ratio Tp becomes a specific value, to be within a maximum height and a specific depth.

SOLUTION: The roughness Ra of a magnetic layer is set to 2 to 10 nm, a skewness Rsk is set to be more than -2 and not more 0 and the slice level at which the ratio Tp becomes 90%, is set within a 50 nm depth from a maximum height Rp. The magnetic layer formed by coating magnetic paint is dried, calendar processed. Then, the magnetic layer is ground by plural grinding tapes which run in the same direction as the running direction of a magnetic recording medium. Finally, at least the magnetic layer side of the medium is cleaned by a cleaning tape.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-175951

(43)公開日 平成11年(1999)7月2日

(51)Int.Cl.⁴

G 1 1 B 5/70
5/84

識別記号

F I

G 1 1 B 5/70
5/84

A

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 11 頁)

(21)出願番号 特願平9-343480

(22)出願日 平成9年(1997)12月12日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 上野 智志

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 中山 英比古

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

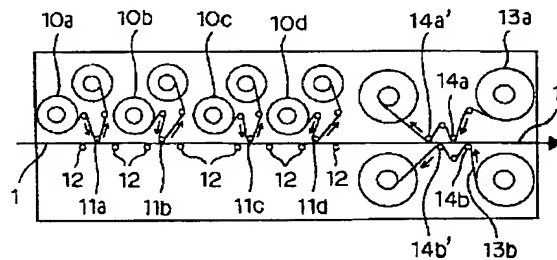
(74)代理人 弁理士 羽鳥 修 (外1名)

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 再生出力が向上し且つドロップアウトが低減した磁気記録媒体を提供すること。

【解決手段】 レーザー光干渉式表面粗さ計によって測定された磁性層の中心線平均粗さR_aが2～10nmの範囲内にあり、スキューネスR_{s k}が-2以上0未満であり、且つ負荷比(Bearing Ratio)T_pが90%となるスライスレベルが最大高さR_pから深さ50nm以内に存することを特徴とする磁気記録媒体。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性支持体上に強磁性粉末および結合剤を含む磁性層が一層以上設けられてなる磁気記録媒体において、

レーザー光干渉式表面粗さ計によって測定された上記磁性層の中心線平均粗さ R_a が $2 \sim 10 \text{ nm}$ の範囲内にあり、スキューネス R_{sk} が -2 以上 0 未満であり、且つ負荷比 (Bearing Ratio) T_p が 90% となるスライスレベルが最大高さ R_p から深さ 50 nm 以内に存することを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 上記非磁性支持体上に非磁性粉末および結合剤を含む中間層が設けられ、該中間層に隣接して最上層としての上記磁性層が設けられている請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 強磁性粉末および結合剤を含む磁性塗料を非磁性支持体上に塗布して一層以上の磁性層を形成する工程を含む磁気記録媒体の製造方法において、上記磁性塗料の塗布により形成された上記磁性層を乾燥・カレンダー処理した後、上記磁気記録媒体の走行方向と同方向に走行する複数の研磨テープによって該磁性層を研磨し、次いで該磁気記録媒体の少なくとも磁性層側をクリーニングテープによってクリーニングして、レーザー光干渉式表面粗さ計によって測定された該磁性層の中心線平均粗さ R_a を $2 \sim 10 \text{ nm}$ の範囲内とし、スキューネス R_{sk} を -2 以上 0 未満とし、且つ負荷比 (Bearing Ratio) T_p が 90% となるスライスレベルを最大高さ R_p から深さ 50 nm 以内とすることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 4】 上記研磨テープによる上記磁性層の研磨の際に上記磁気記録媒体に加わるテンションが $1.0 \sim 20.0 \text{ g/m}$ である請求項 3 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 5】 上記研磨テープがモース硬度 6 以上の研磨材粒子を含む請求項 3 又は 4 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、再生出力が向上し且つドロップアウトが低減した磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 磁気記録媒体における磁性層の表面プロファイルに関する従来の技術としては、例えば特開昭 62-89229 号公報や特開平 4-141823 号公報に記載のもの等が知られている。

【0003】 これらの公報に記載の従来の技術について説明すると、特開昭 62-89229 号公報には、磁性層表面における平滑性および易滑性を両立させることを目的として、深さ $5 \sim 100 \text{ nm}$ の複数の凹部が $1 \sim 9\%$ の面積率で形成され且つ中心線平均粗さ R_a が $1 \sim$

10 nm である転写部材を磁気記録媒体と密着させて、該転写部材の表面プロファイルを磁性層の表面に転写する技術が記載されている。しかし、この公報に記載の技術は磁性層の表面プロファイルを直接規定しているものではないので、実際の磁性層の表面プロファイルに関しては一切不明である。

【0004】 特開平 4-141823 号公報には、再生出力、エラーレート、摩擦係数値、スチル耐久性、ヘッド汚れ等の改善を目的として、金属ロールの対によりカレンダー処理後、中心線平均粗さ R_a が $20 \sim 200 \text{ nm}$ の研磨テープで磁性層を研磨し、その中心線平均粗さ R_a を $2 \sim 10 \text{ nm}$ とする磁気記録媒体の製造方法が記載されている。しかし、この公報に記載の技術においては、磁性層の表面プロファイルとして中心線平均粗さ R_a が記載されているのみである。後述するように、中心線平均粗さ R_a は磁性層の表面プロファイルの一側面に過ぎず、磁性層の中心線平均粗さ R_a のみを規定しても、再生出力が十分であり且つエラーレートが低減した磁気記録媒体を得ることはできない。特に、記録密度が益々高まりつつある昨今の磁気記録媒体においては尚更である。

【0005】 従って、本発明の目的は、再生出力が向上し且つドロップアウトが低減した磁気記録媒体およびその製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは鋭意検討した結果、磁性層の表面を均一な状態にして、中心線中心線平均粗さ R_a 、スキューネス R_{sk} 及び負荷比 (Bearing Ratio) を特定の範囲内とすることにより上記目的が達成されることを知見した。

【0007】 本発明は上記知見に基づきなされたもので、非磁性支持体上に強磁性粉末および結合剤を含む磁性層が一層以上設けられてなる磁気記録媒体において、レーザー光干渉式表面粗さ計によって測定された上記磁性層の中心線平均粗さ R_a が $2 \sim 10 \text{ nm}$ の範囲内にあり、スキューネス R_{sk} が -2 以上 0 未満であり、且つ負荷比 (Bearing Ratio) T_p が 90% となるスライスレベルが最大高さ R_p から深さ 50 nm 以内に存することを特徴とする磁気記録媒体を提供することにより上記目的を達成したものである。

【0008】 また、本発明は、上記磁気記録媒体の好ましい製造方法として、強磁性粉末および結合剤を含む磁性塗料を非磁性支持体上に塗布して一層以上の磁性層を形成する工程を含む磁気記録媒体の製造方法において、

上記磁性塗料の塗布により形成された上記磁性層を乾燥・カレンダー処理した後、上記磁気記録媒体の走行方向と同方向に走行する複数の研磨テープによって該磁性層を研磨し、次いで該磁気記録媒体の少なくとも磁性層側をクリーニングテープによってクリーニングして、レーザー光干渉式表面粗さ計によって測定された該磁性層

の中心線平均粗さ R_a を $2 \sim 10 \text{ nm}$ の範囲内とし、スキューネス R_{sk} を -2 以上 0 未満とし、且つ負荷比 (Bearing Ratio) T_p が 90% となるスライスレベルを最大高さ R_p から深さ 50 nm 以内とすることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。
【0009】

【発明の実施の形態】本発明の磁気記録媒体について詳述すると、本発明の磁気記録媒体は、レーザー光干渉式表面粗さ計によって測定された磁性層の表面プロファイルに関して、(1) 中心線平均粗さ R_a が $2 \sim 10 \text{ nm}$ の範囲にあり、(2) スキューネス R_{sk} が -2 以上 0 未満であり、且つ (3) 負荷比 (Bearing Ratio) T_p が 90% となるスライスレベルが最大高さ R_p から深さ 50 nm 以内に存するものである。本発明の磁気記録媒体が、これらの表面プロファイルを具備することによって、後述する実施例からも明らかなように、磁気記録媒体の再生出力が向上し且つドロップアウトが低減するという効果が奏される。そして、これらの表面プロファイルの何れか一つが欠けても斯かる効果は奏され得ない。

【0010】中心線平均粗さ R_a は、磁性層表面の粗さの程度を示すものであり、この値が 10 nm を超えるとスペーシングロスが大きくなって高域出力の低下が起こり、電磁変換特性が低下してしまい、 2 nm に満たないと磁性層と接触する磁気ヘッドの摩耗が激しくなり、媒体の接触面積が大きくなって摩擦係数が大きくなり、スティックスリップ現象が発生したりして、媒体走行上の不具合が生じることがある。中心線平均粗さ R_a の好ましい範囲は $2.0 \sim 8.0 \text{ nm}$ であり、更に好ましくは $2.5 \sim 7.0 \text{ nm}$ である。

【0011】中心線平均粗さ R_a は、下記式 (I) で定義され、レーザー光干渉式表面粗さ計 (Zygo社製、Laser Interferometric Maxim 3D Model 5700) を用いて、JIS-B0601-1994に従い、次の条件にて測定されたものである。

- ・レンズ: Fizeau レンズ 40倍
- ・フィルター: off
- ・Removed: Cylinder
- ・Trim: 0

【0012】

【数1】

$$R_{sk} = \frac{1}{n(Rq)^3} \sum_{i=1}^{i=n} (y_i)^3 \quad (\text{II})$$

式中、 Rq は $\sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L y^2(x) dx}$ (式中、 L は測定長を示す) を示し、 y は粗さ曲線を示し、 n は測定点数を示す。

【0018】本発明においては、磁性層の中心線平均粗さ R_a 及びスキューネス R_{sk} を上述した範囲内とする

*

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad (\text{I})$$

式中、 y は粗さ曲線を示し、 L は測定長を示す。

【0013】測定片は、顕微鏡用の JIS-R-3502 を満足する物性のスライドガラス [本明細書では、松浪硝子 (株) 製のスライドガラスを使用したのがこれに限定されない] 上に、水又はエタノールにて貼り付ける。この際、過剰の水又はエタノールが測定片とスライドガラスとの間にあると再現性の良い結果が得られないので、ある程度水又はエタノールが蒸発し、スライドガラスの裏側から見て干渉縞が見える状態の間に測定したものを R_a の値とする。

【0014】上述した中心線平均粗さ R_a は磁性層の表面プロファイルを示す一指標であり、磁性層の中心線平均粗さ R_a が同一の値を有する磁気記録媒体であっても、スキューネス R_{sk} が異なると、磁気記録媒体の再生出力やドロップアウトの発生に大きな影響があることを本発明者らは見出した。即ち、磁気記録媒体の再生出力を高め且つドロップアウトの発生を低減させるためには、磁性層の中心線平均粗さ R_a を上述した範囲内とすると共にスキューネス R_{sk} を -2 以上 0 未満とすることが必要であることを見出した。

【0015】スキューネス R_{sk} は、磁性層表面の粗さ曲線に関して、中心線に対しての粗さ曲線の相対性を示す無次元数のものであり、この値が -2 に満たないと、磁性層と接触する磁気ヘッドの摩耗が激しくなり、 0 以上となると、磁性層の表面に存する突起が走行中に脱離してドロップアウトの発生を招いてしまう。スキューネス R_{sk} の好ましい範囲は、 -1.5 以上 0 未満であり、更に好ましくは -1.0 以上 0 未満である。

【0016】スキューネス R_{sk} の測定には、中心線平均粗さ R_a の測定と同様にレーザー光干渉式表面粗さ計が用いられ、測定条件は中心線平均粗さ R_a の測定条件と同様である。スキューネス R_{sk} は下記式 (II) で定義される。

【0017】

【数2】

*40

と共に負荷比 T_p に関して、 T_p が 90% となるスライスレベルが最大高さ R_p から深さ 50 nm 以内に存する

ようにすることで、再生出力が向上し且つドロップアウトが低減した磁気記録媒体を得ることができる。更に詳しくは、Tpが90%となるスライスレベルが最大高さRpから深さ50nm超の深さに存在すると、媒体の走行中に磁性層の表面に存する突起の脱離が増加し、ドロップアウトの発生を招いてしまう。Tpが90%となるスライスレベルは、最大高さRpから深さ45nm以内に存することが好ましく、40nm以内に存することが更に好ましい。

【0019】負荷比Tpは、磁性層表面の粗さ曲線における最大高さRp（中心線から最も高い突起の頂点までの高さ）から、所定の深さのスライスレベルで、該粗さ曲線の中心線と平行な線を引き、この線が該粗さ曲線を*

$$Tp(\%) = \frac{b_1 + b_2 + b_3 + b_4 + \dots + b_n}{L} \times 100 \quad (\text{III})$$

式中、 b_i はスライスラインがi番目の突起を横切る長さを示し、Lは測定長を示し、nはスライスラインが横切る突起の数を示す。

【0021】本発明の磁気記録媒体が、上述した(1)～(3)の表面プロファイルを満たすための具体的な手段としては、磁気記録媒体を構成する層の配合組成面からのアプローチと磁気記録媒体の製造面からのアプローチとがある。配合組成面からのアプローチとしては、例えば、磁性層に含有される強磁性粉末およびその他の粉末の粒径や強磁性粉末と結合剤との配合比率を適宜調整する手段や、磁性塗料の固形分濃度を適宜調整する等の手段がある。一方、製造面からのアプローチとしては、

【0022】次に、上述した(1)～(3)の表面プロファイルを満たす磁性層を有する本発明の磁気記録媒体の好ましい実施形態について図面を参照して説明する。ここで、図2は、本発明の磁気記録媒体の一実施形態の構造を示す模式図である。

【0023】図2に示す磁気記録媒体1においては、非磁性支持体2の一方の面上に、該支持体2に隣接して中間層3が設けられおり、該中間層3に隣接して最上層としての磁性層4が設けられている。また、該非磁性支持体2の他方の面上にバックコート層5が設けられている。

【0024】磁性層4は、強磁性粉末および結合剤を含み、該強磁性粉末が該結合剤に分散されて形成されている。

【0025】上記強磁性粉末としては、鉄を主体とする強磁性金属粉末、強磁性金属酸化物粉末、強磁性六方晶

*横切る長さを比率化したものであり、JIS-B0601-1995に規定されている。例えば、磁性層の粗さ曲線が図1に示すようなものである場合には、最も高い突起Pから所定の深さの部分を通るように中心線Mと平行にスライスラインSを引く。そして、このスライスラインSが各突起を横切る長さを b_1 、 b_2 、 b_3 、 \dots 、 b_n とした場合、負荷比は下記式(III)から算出される。負荷比Tpの測定には、中心線平均粗さRaの測定と同様にレーザー光干渉式表面粗さ計が用いられ、測定条件は中心線平均粗さRaの測定条件と同様である。

【0020】

【数3】

系フェライト粉末などが用いられ、特に強磁性金属粉末を用いることが好ましい。該強磁性金属粉末としては、金属分が50重量%以上であり、該金属分の60%以上が鉄である強磁性金属粉末が挙げられ、その具体例としては、特開平9-35246号公報の第8欄6～8行に記載のものが挙げられる。

【0026】上述した(1)～(3)の表面プロファイルが容易に満たされるようにするために、上記強磁性粉末として強磁性金属粉末および強磁性金属酸化物粉末が用いられる場合には、これらが針状又は紡錘状の粉末である場合、その粉末の長軸長は、0.05～0.25 μ m、特に0.05～0.20 μ mであることが好ましく、針状比（長軸長/短軸長）は、3～20、特に3～12であることが好ましい。一方、上記強磁性粉末として板状の六方晶系フェライト粉末が用いられる場合には、その板径は、0.02～0.09 μ m、特に0.025～0.045 μ mであることが好ましく、板状比は2～12、特に2～7であることが好ましい。

【0027】上記強磁性粉末の磁気特性に関しては、全記録波長領域でのRF出力が過不足なく得られ、オーバーライト特性が良好となり、更に十分な再生出力を得ることができる点から、強磁性粉末として強磁性金属粉末および強磁性金属酸化物粉末が用いられる場合には、保磁力が120～250kA/mで、飽和磁化が100～180Am²/kgであることが好ましい。一方、強磁性粉末として六方晶系フェライト粉末が用いられる場合には、同様の理由により、保磁力が80～250kA/mで、飽和磁化が40～70Am²/kgであることが好ましい。

【0028】上記強磁性粉末には、その分散性などを向

上させるために表面処理を施してもよい。この表面処理は、特開平 9-35246 号公報の第 4 欄 9~24 行等に記載の公知の方法を用いることができる。また、上記強磁性粉末に希土類元素を含有させることによりその分散性が向上するので好ましい。

【0029】上記結合剤としては、磁気記録媒体に用いられる公知のものなら制限なく用いることが出来る。例えば特開平 9-35246 号公報の第 4 欄 25~32 行に記載のものを使用できる。上記結合剤の数平均分子量は 2,000~200,000 であることが好ましい。また、磁性粉末等の分散性を向上させるため、上記結合剤に、水酸基、カルボキシル基またはその塩、スルホン酸基またはその塩、リン酸基またはその塩、ニトロ基または硝酸エステル基、アセチル基、硫酸エステル基またはその塩、エポキシ基、ニトリル基、カルボニル基、アミノ基、アルキルアミノ基、アルキルアンモニウム塩基、スルホベタイン、カルボベタイン等のベタイン構造等の分極性の官能基（所謂、極性基）を含有させてもよい。そして、上記結合剤は、上述した（1）~（3）の表面プロファイルが容易に満たされるようにするために、上記強磁性粉末 100 重量部に対して好ましくは 8~100 重量部、更に好ましくは 10~50 重量部、一層好ましくは 10~40 重量部、特に好ましくは 10~30 重量部配合される。

【0030】磁性層 4 には、その耐久性の向上や磁気ヘッドの目詰まり防止を目的として、研磨材が含まれていることが好ましい。斯かる研磨材としては、モース硬度 6 以上の物質の粒子、具体的には、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO_2 、 Sb_2O_3 、 ZnO 等の粒子が好適に使用できる。該研磨材の一次粒子の平均粒径は、上述した（1）~（3）の表面プロファイルが容易に満たされるようにするために、50~1000 nm が好ましく、特に 100~750 nm が好ましい。該研磨材は、上記強磁性粉末 100 重量部に対して、3~20 重量部、特に 6~18 重量部配合されることが、該強磁性粉末の充填性等の点から好ましい。

【0031】また、磁性層 4 には、磁気記録媒体の走行性や耐久性の向上を目的として、潤滑剤が含まれていることが好ましい。斯かる潤滑剤としては、エステル系潤滑剤や脂肪酸系潤滑剤が好適に用いられる。エステル系潤滑剤としては、脂肪酸エステル等が用いられる。該脂肪酸エステルとしては、例えば、カブロン酸、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、リノレン酸、オレイン酸、エライジン酸、ベヘン酸、マロン酸、コハク酸、マレイン酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,12-ドデカンジカルボン酸、オクタンジカルボン酸等の脂肪酸のエステルが挙げられる。斯かる脂肪酸エステルのうち、アルキルエステルが好ましく用いられ、特に総炭素数 12

~40 のアルキルエステルが好ましい。一方、脂肪酸系潤滑剤としては、上記脂肪酸エステルを構成する脂肪酸として列挙したもの等が用いられる。これらの潤滑剤は一種または二種以上を組み合わせ用いることができ、その配合量は、上記強磁性粉末 100 重量部に対して、2~10 重量部、特に 5~7 重量部であることが好ましい。

【0032】また、磁性層 4 には、磁気記録媒体の帯電防止剤や固体潤滑剤として用いられるカーボン粉末が含まれていることも好ましい。該カーボン粉末としては、平均粒径（一次粒子）が 10~350 nm（特に 15~60 nm）のカーボンブラックを用いることが好ましい。また、該カーボン粉末として、平均粒径の異なる二種以上のカーボンブラックを組み合わせ用いることもできる。カーボン粉末は、上記強磁性粉末 100 重量部に対して、0.5~10 重量部、特に 0.5~5 重量部配合されることが好ましい。

【0033】更に、磁性層 4 には、膜剛性の向上を目的として、硬化剤が含まれていてもよい。斯かる硬化剤としては、一般に、日本ポリウレタン工業（株）製のコロネート L（商品名）に代表されるイソシアネート系硬化剤やアミン系硬化剤が用いられる。該硬化剤は、上記強磁性粉末 100 重量部に対して、10 重量部以下、特に 6 重量部以下配合されることが好ましい。

【0034】尚、磁性層 4 には、上述の成分の他に、磁気記録媒体に通常用いられている分散剤、防錆剤、防微剤等の各種添加剤を必要に応じて添加することもできる。

【0035】磁性層 4 は、上述の各成分を溶剤に分散させた磁性塗料を中間層 3 上に塗布することによって形成される。該溶剤としては、ケトン系の溶剤、エステル系の溶剤、エーテル系の溶剤、芳香族炭化水素系の溶剤および塩素化炭化水素系の溶剤等が挙げられる。上記磁性塗料における該溶剤の配合量は、該磁性塗料に含まれる上記強磁性粉末 100 重量部に対して、好ましくは 100~700 重量部、更に好ましくは 300~500 重量部である。

【0036】上記磁性塗料を調製するには、例えば、上記強磁性粉末および結合剤を溶剤の一部と共にナウターミキサー等に投入し予備混合して混合物を得、この混合物を連続式加圧ニーダー等により混練し、次いで、上記溶剤の一部で希釈し、サンドミル等を用いて分散処理した後、潤滑剤等の添加剤を混合して、濾過し、更に上記溶剤の残部や硬化剤を混合する方法等を挙げることができる。

【0037】上述の成分を含む磁性塗料から形成された磁性層 4 の保磁力（Hc）は、十分な記録再生特性を付与し得る点から 120~250 kA/m であることが好ましく、更に好ましくは 135~200 kA/m、一層好ましくは 140~190 kA/m である。また、磁性

層4の飽和磁束密度(Bs)は、高密度記録に適した磁束密度を付与する点から0.25~0.50Tであることが好ましく、更に好ましくは0.28~0.45T、一層好ましくは0.35~0.45Tである。磁性層4の保磁力や飽和磁束密度を上記範囲内とするためには、例えば上記強磁性粉末の種類や配合量を適切に選択したり、上記強磁性粉末の分散状態や配向状態を適切にコントロールすればよい。

【0038】磁性層4の厚さに関しては、厚さが大き過ぎると短波長記録再生時の厚み損失の問題が生じ、厚さが小さ過ぎると、非磁性支持体2の表面の凹凸形状や中間層3と磁性層4との界面の形状が磁性層4の表面形状に影響を及ぼして、上述した(1)~(3)の表面プロファイルが容易に満たされにくくなることから、0.05~0.4μmであることが好ましく、0.08~0.35μmであることが更に好ましい。

【0039】次に、中間層3について説明すると、該中間層3は磁性を有する層であってもよく、非磁性の層であってもよい。中間層3が磁性を有する層である場合には、該中間層3は磁性粉末を含有する磁性の層であり、磁性粉末、非磁性粉末、結合剤および溶剤を主成分とする磁性の塗料を用いて形成される。一方、中間層3が非磁性の層である場合には、該中間層3は非磁性粉末、結合剤および溶剤を主成分とする非磁性の塗料を用いて形成される(以下、これらの塗料を総称して「中間層塗料」という)。

【0040】上記磁性粉末としては、強磁性粉末が好ましく用いられ、該強磁性粉末としては硬磁性粉末および軟磁性粉末の何れもが好ましく用いられる。

【0041】上記硬磁性粉末としては、例えば、磁性層4に用いられる強磁性六方晶系フェライト粉末、強磁性金属粉末および強磁性金属酸化物粉末などが挙げられる。これらのうち、強磁性六方晶系フェライト粉末を用いることが特に好ましい。これらの磁性粉末の詳細については、磁性層4に用いられる強磁性粉末と同様であり特に説明しないが、該強磁性粉末に関する説明が適宜適用される。一方、軟磁性粉末としては、酸化物軟磁性粉末や金属軟磁性粉末を用いることができる。

【0042】上記軟磁性粉末の形状は特に制限されないが、球状、板状、針状などが挙げられ、その大きさは5~800nmであることが好ましい。

【0043】上記磁性粉末には、磁性層4に含まれる強磁性粉末と同様に、必要に応じて希土類元素や遷移金属元素を含有させることができ、また、該強磁性金属粉末に施される表面処理と同様の表面処理を施してもよい。

【0044】次に、上記非磁性粉末について説明すると、該非磁性粉末としては、例えば、特開平9-35246号公報の第6欄1~12行に記載のものが使用できる。これらの中でも非磁性の酸化鉄(ベンガラ)、酸化チタン、窒化ホウ素などが好ましく用いられる。これら

非磁性粉末は単独で又は二種以上を混合して用いてもよい。上記非磁性粉末の形状は、球状、板状、針状、無定形の何れでもよい。その大きさは球状、板状、無定形のものにおいては5~200nmであることが好ましく、針状のものにおいては長軸長が20~300nmで針状比が3~20であることが好ましい。上記非磁性粉末は、上記磁性粉末と併用される場合(即ち、中間層3が磁性の層の場合)には、該磁性粉末100重量部に対して、好ましくは30~70重量部、更に好ましくは40~60重量部用いられる。一方、上記磁性粉末が用いられない場合(即ち、中間層3が非磁性の層の場合)には、該非磁性粉末100重量部に基づいて他の成分の配合量が決定される。上述した各種非磁性粉末には、必要に応じて、上記磁性粉末に施される表面処理と同様の処理を施してもよい。

【0045】中間層3は、磁性であると非磁性であるとを問わず、上述した成分に加えて更に結合剤、研磨材、潤滑剤、カーボン粉末および硬化剤を含んでいることが好ましい。これらの成分としては、特に説明しないが、磁性層4に用いられる成分と同様のものが用いられる。これらの成分の好ましい配合量は、上記磁性粉末および非磁性粉末の合計量100重量部(中間層3が磁性の層である場合)または該非磁性粉末100重量部(中間層3が非磁性の層である場合)に対して、それぞれ以下の通りである。

- ・潤滑剤：2~20重量部、特に5~7重量部
- ・結合剤：16~40重量部、特に20~28重量部
- ・研磨材：6~30重量部、特に8~12重量部
- ・カーボン粉末：0.5~20重量部、特に0.5~10重量部
- ・硬化剤：12重量部以下、特に8重量部以下

【0046】中間層3は、上述の成分および溶剤を含む中間層塗料を非磁性支持体2上に塗布して形成される。該溶剤としては、磁性層4の形成に用いられる磁性塗料に含有される溶剤と同様のものが用いられる。該溶剤の使用量は、上記磁性粉末および非磁性粉末の合計量100重量部(中間層3が磁性の層である場合)または該非磁性粉末100重量部(中間層3が非磁性の層である場合)に対して、100~700重量部とすることが好ましく、特に300~500重量部とすることが好ましい。

【0047】上記中間層塗料には、必要に応じて磁性層4の形成に用いられる磁性塗料に添加される添加剤と同様のものを添加することができる。

【0048】中間層3の厚さは、磁気記録媒体の耐久性に影響する潤滑剤の保持能力を制御する点から、ある程度の厚みが必要であり、一方、厚すぎると変形時にクラックが発生しやすくなることから、0.1~5μmであることが好ましく、特に0.1~3μmであることが好ましい。

【0049】中間層3が強磁性粉末を含有する磁性を有する層である場合、その保磁力(Hc)は、オーバーライト特性及び低域～高域での出力バランスの点から、8～250kA/m、特に8～200kA/mであることが好ましい。また、その飽和磁束密度(Bs)は、高すぎるとオーバーライト特性が悪化してノイズ量が増加し、一方、低すぎると出力が不足する点から、0.03～0.1T、特に0.04～0.08Tであることが好ましい。

【0050】尚、中間層3及びこれを構成する各成分ならびに中間層3を形成するための中間層塗料等に関して特に説明しなかった点については、上述した磁性層4に関して詳述した説明が適宜適用される。

【0051】次にバックコート層5について説明する。バックコート層5は主として、結合剤及びカーボンブラックによって構成されている。該結合剤及びカーボンブラックとしては、磁性層4や中間層3で使用されるものと同様のものを使用することができる。カーボンブラックの配合量は、バックコート層5に含有される全結合剤量100重量部に対して5～100重量部、特に10～70重量部であることが好ましい。また、バックコート層の厚さは、0.05～1.0μm、特に0.1～0.8μmであることが好ましい。

【0052】非磁性支持体2を構成する材料としては、公知のものが使用でき、例えば特開平9-35246号公報の第2欄30～42行に記載のものが挙げられる。

【0053】非磁性支持体2の厚さに特に制限はなく、磁気記録媒体の用途・形態等に応じて適宜選択でき、例えばディスクの形態で用いる場合には2～1000μmが好ましく、2～300μmが更に好ましい。テープの形態で用いる場合には1～10μm、特に1～6μm、更には1～5μmが好ましい。

【0054】次に図2に示す磁気記録媒体1を製造するための好ましい方法を述べる。まず、非磁性支持体2上に磁性層4を形成する磁性塗料と中間層3を形成する中間層塗料とを、各層がそれぞれ所定の厚さとなるようにウェット・オン・ウェット方式により同時重層塗布を行い、磁性層および中間層の塗膜を形成する。即ち、磁性層は、中間層の湿潤時に塗設・形成されていることが好ましい。次いで、これらの塗膜に対して、磁場配向処理を行った後に乾燥処理を行い巻き取る。この後、カレンダー処理を行い、更にバックコート層5を形成する。あるいはバックコート層5を形成した後に磁性層4および中間層3を形成してもよい。更に、必要に応じて、例えば磁気テープを得る場合には、40～80℃下で6～200時間エージング処理し、所望の幅にスリットする。この後、磁気記録媒体の走行方向と同方向に走行する複数の研磨テープによって該磁性層を研磨処理し、次いで該磁気記録媒体の少なくとも磁性層側をクリーニングテープによってクリーニング処理する。

【0055】尚、上記重層塗布は、特開平5-73883号公報の第42欄31行～第43欄13行に記載されている方法等によって行うことができる。

【0056】また、上記磁場配向処理は、各塗料が乾燥する前に行われ、例えば本発明の磁気記録媒体が磁気テープの場合には、上記磁性塗料の塗布面に対して平行方向に約40kA/m以上、好ましくは約80～800kA/mの磁界を印加する方法や、上記磁性塗料が湿潤状態の内に約80～800kA/mのソレノイド等の中を通過させる方法により行うことができる。

【0057】上記乾燥処理は、例えば加熱された気体の供給により行うことができ、この際、気体の温度とその供給量を制御することにより塗膜の乾燥工程を制御することができる。

【0058】また、上記カレンダー処理は、メタルロールとコットンロールまたは合成樹脂ロールとの間、或いは2本のメタルロールの間を通すスーパーカレンダー法等により行うことができる。このカレンダー処理の条件を適宜調整することによって、上述した(1)～(3)の表面プロファイルを、容易に上述した範囲内にすることができる。好ましいカレンダー処理の条件は、温度が60～140℃、特に65～85℃であり、線圧が200～500kg/cm、特に250～350kg/cmである。

【0059】上記研磨処理においては、図3に示すように、矢印A方向に走行する磁気記録媒体1と同方向に走行する複数の研磨テープによって磁性層が研磨される。更に詳しくは、磁気記録媒体1の走行方向Aに関して上流側から順に4本の研磨テープ10a、10b、10c、10dが磁気記録媒体1の走行方向と同方向に走行しており、それぞれバックアップロール11a、11b、11c、11dによって、その研磨面が磁性層に押し付けられ、該磁性層が研磨されるようになされている。磁気記録媒体のバックコート層側には、複数本のステンレス製ロール12、12、・・・が当接しており、上記バックアップロールによる研磨テープの押し付けが効果的になされるようになっている。

【0060】各研磨テープ10a～10dの幅は、研磨される磁気記録媒体の幅と同寸か或いはそれより広くなっており、磁性層の全幅に亘って十分な研磨が行われるようになされている。

【0061】各研磨テープ10a～10dの送り速度は何れも同じであり、磁気記録媒体1の走行速度に対して $1.0 \times 10^{-3} \sim 4.0 \times 10^{-3}$ 倍、特に $1.0 \times 10^{-4} \sim 5.0 \times 10^{-4}$ 倍であることが、上述した(1)～(3)の表面プロファイルが容易に満たされることから好ましい。例えば、磁気記録媒体1の走行速度が2～10m/secの場合には、各研磨テープ10a～10dの送り速度は10～500mm/min、特に100～300mm/minであることが好ましい。

【0062】各研磨テープ10a~10dは、それぞれ所定の番手を有する研磨材粒子が結合剤に分散されてなる塗布層がテープ支持体上に形成されてなるものである。該研磨材粒子の平均粒径は、0.5~20 μ m、特に0.5~9 μ mであることが、上述した(1)~

(3)の表面プロファイルが容易に満たされることから好ましい。この研磨材粒子としては、上述した磁性層や中間層に含まれるものと同様のものを(即ち、モース硬度が6以上の物質の粒子)用いることができる。各研磨テープ10a~10dにおける研磨材粒子の平均粒径は、何れも同じであってもよく、或いは磁気記録媒体1の走行方向の上流側から下流側に向かって順次大きくなっていてもよい。例えば、上流側に位置する研磨テープ10a及び10bにおける研磨材粒子の平均粒径を1~9 μ mとし、下流側に位置する研磨テープ10c及び10dにおける研磨材粒子の平均粒径を0.5~3 μ mとすることができる。

【0063】磁気記録媒体1における各研磨部、即ち、各研磨テープ10a~10dによって押し付けられている部分のテンションは何れも同じであることが好ましく、その値は1.0~20.0g/mm、特に1.0~15.0g/mm、とりわけ4.0~13.0g/mmであることが、上述した(1)~(3)の表面プロファイルが容易に満たされることから好ましい。

【0064】研磨処理後のクリーニング処理においては、図3に示すように、磁気記録媒体の少なくとも磁性層側(図3においては、磁性層側およびバックコート層側)がクリーニングされて、研磨処理によって発生した微粒子およびその他の塵埃等が除去される。更に詳しくは、磁気記録媒体の両面に、一対のクリーニングテープ13a、13bが磁気記録媒体1の走行方向Aと逆方向に走行しており、各クリーニングテープは、それぞれ2本のバックアップロール14a及び14a'並びに14b及び14b'によって、そのクリーニング面がそれぞれ2箇所に位置において磁性層およびバックコート層にそれぞれ押し付けられ、それぞれの層がクリーニングされるようになされている。

【0065】各クリーニングテープ13a及び13bの幅は、クリーニングテープされる磁気記録媒体の幅と同等か或いはそれより広くなっており、磁気記録媒体の全幅に亘って十分なクリーニングが行われるようになされている。

【0066】各クリーニングテープ13a及び13bの送り速度は何れも同じであり、磁気記録媒体1の走行速度の5.0 $\times 10^{-6}$ ~2.0 $\times 10^{-3}$ 倍、特に1.0 $\times 10^{-3}$ ~1.0 $\times 10^{-4}$ 倍であることが、上述した(1)~(3)の表面プロファイルが容易に満たされることから好ましい(但し、走行方向は逆方向である)。例えば、磁気記録媒体1の走行速度が2~10m/secの場合には、各クリーニングテープ13a及び13b

の送り速度は4~200mm/min、特に8~60mm/minであることが好ましい。

【0067】各クリーニングテープ13a及び13bは、それぞれ織布や不織布からなり、特に微細繊維が結束されてなる繊維の束が緻密に絡み合ったスエード調不織布や繊維同士が結合された不織布等からなるものを用いることが好ましい。

【0068】磁気記録媒体1における各クリーニング部、即ち、各クリーニングテープ13a及び13bによって押し付けられている部分のテンションは何れも同じであることが好ましく、その値は1.0~20.0g/mm、特に5.0~16.0g/mmであることが、上述した(1)~(3)の表面プロファイルが容易に満たされることから好ましい。

【0069】以上、本発明の磁気記録媒体をその好ましい実施形態に基づき説明したが、本発明は、上記実施形態に制限されず、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更が可能である。例えば、図2に示す実施形態の磁気記録媒体1は、磁性/磁性または磁性/非磁性の重層構造のものであるが、これに代えて磁性層単層の構造であってもよい。また、図2に示す実施形態の磁気記録媒体1には、更に、支持体2と中間層3又は上記バックコート層5との間にプライマー層を設けたり、長波長信号を使用するハードシステムに対応してサーボ信号等を記録するための他の磁性層及びその他の層を設けてもよい。また、本発明の磁気記録媒体の製造における、磁性塗料および中間層塗料の塗布は、通常公知の逐次重層塗布方法により行うこともできる。また、本発明の磁気記録媒体は、8mmビデオテープやDATテープ、DVCテープ等の画像音声記録テープ、DDSテープや1/4インチデータカートリッジ(QIC)テープなどのデータ記録テープ等の磁気テープとして好適であるが、フレキシブルディスクのような磁気ディスク等の他の磁気記録媒体としても適用することもできる。

【0070】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明すると共にその有効性を例証する。しかしながら、本発明の範囲はかかる実施例に制限されるものではない。尚、以下の例中、「部」は特に断らない限り「重量部」を意味する。

【0071】〔実施例1〕下記の配合成分(脂肪酸、脂肪酸エステル、ポリイソシアネートを除く)を溶剤の一部と共にナウターミキサーに投入し予備混合して混合物を得、得られた混合物を連続式加圧ニーダーにより混練した。次いで、溶剤の一部で希釈し、サンドミルにて分散処理した後、脂肪酸及び脂肪酸エステルを混合して、濾過し、更に残りの溶剤及びポリイソシアネートを混合して、磁性塗料、中間層塗料およびバックコート塗料をそれぞれ調製した。

【0072】

<磁性塗料の配合>

- ・磁性粉末（鉄を主体とする強磁性金属粉末） 100部
- 〔Fe/Co/Al/Y=62.5/30/4.5/3（重量比）、保磁力180kA/m、飽和磁化140Am²/kg、長軸長0.07μm、結晶サイズ140Å、BET比表面積55m²/g〕
- ・アルミナ（一次粒子の平均粒径0.3μm） 10部
- ・カーボンブラック（一次粒子の平均粒径50nm） 0.8部
- ・スルホン酸基含有塩化ビニル系共重合体 12部
- （スルホン酸基含有量1.5×10⁻⁴eq/g）
- ・スルホン酸基含有ポリウレタン樹脂 13部
- （GPC数平均分子量23000、スルホン酸基含有量1.9×10⁻⁴eq/g）
- ・ミリスチン酸 1.8部
- ・ブチルステアレート 1.2部
- ・ポリイソシアネート 5部
- 〔日本ポリウレタン工業（株）製、商品名「コロネートL」〕
- ・メチルエチルケトン 150部
- ・トルエン 50部
- ・シクロヘキサノン 80部

【0073】

20

<中間層塗料の配合>

- ・α-酸化鉄 100部
- （長軸長0.12μm、針状比9）
- ・カーボンブラック（一次粒子の平均粒径0.018μm） 15部
- ・スルホン酸基含有塩化ビニル樹脂系共重合体 13部
- （スルホン酸基含有量1.5×10⁻⁴eq/g）
- ・スルホン酸基含有ポリウレタン樹脂 7部
- （GPC数平均分子量23000、スルホン酸基含有量1.9×10⁻⁴eq/g）
- ・ポリイソシアネート 3部
- 〔日本ポリウレタン工業（株）製、商品名「コロネートHX」〕
- ・オレイルオレート 1部
- ・ミリスチン酸 1.9部
- ・メチルエチルケトン 150部
- ・トルエン 40部
- ・シクロヘキサノン 90部

【0074】

<バックコート塗料の配合>

- ・カーボンブラック（一次粒子の平均粒径0.028μm） 32部
- ・カーボンブラック（一次粒子の平均粒径0.062μm） 8部
- ・「ニッポラン2301」 20部
- 〔商品名、日本ポリウレタン工業（株）製のポリウレタン〕
- ・ニトロセルロース 20部
- 〔旭化成工業（株）製の粘度表示1/2秒のもの〕
- ・ポリイソシアネート 4部
- 〔武田薬品工業社製、商品名「D-250N」〕
- ・銅フタロシアニン 5部
- ・ステアリン酸 0.5部
- ・メチルエチルケトン 200部
- ・トルエン 100部

【0075】厚さ6 μ mのポリエチレンテレフタレートフィルム（支持体）の一面に、磁性塗料および中間層塗料を、磁性層および中間層の乾燥厚さがそれぞれ0.24 μ m及び2.0 μ mとなるように、2つの押し出し口を持つコーターヘッドを用いて同時重層塗布し、それぞれの塗膜を形成した。次いで、これらの塗膜が湿潤状態から乾燥状態になる間で、400kA/mの磁場強度のソレノイド中を通過させ磁場配向処理し、更に乾燥処理した。次に、95℃、300kg/cmの条件でカレンダー処理を施し、磁性層および中間層を形成した。引き続き、上記支持体の反対側の面上にバックコート塗料を乾燥厚さが0.7 μ mになるように塗布し、更に乾燥してバックコート層を形成した。1/2インチ幅にスリットした後、図3に示すように、磁性層を研磨処理し、更に磁性層およびバックコート層をクリーニング処理した。磁性層の研磨処理においては、10m/secで走行する磁気記録媒体の走行方向の上流側に、2本の研磨テープ（研磨材の平均粒径2 μ m）を該磁気記録媒体の走行方向と同方向に走行させて（送り速度100mm/min）、その研磨面を磁性層に押し付けた。更に、これらの研磨テープの下流側に、2本の研磨テープ（研磨材の平均粒径1 μ m）を該磁気記録媒体の走行方向と同方向に走行させて（送り速度100mm/min）、その研磨面を磁性層に押し付けた。4本の研磨テープによる研磨部のテンションは何れも10g/mmであった。研磨処理に続くクリーニング処理では、上記研磨部の下流側の位置において、磁気記録媒体の両面に一対のクリーニングテープを該磁気記録媒体の走行方向と逆方向に走行させて（それぞれの送り速度30mm/min）、それぞれのクリーニング面を2箇所において磁性層およびバックコート層に押し付けた。それぞれのクリーニングテープによるクリーニング部のテンションは何れも14g/mmであった。このようにして、磁性/非磁性の塗布型重層構造の磁気テープを得た。

【0076】〔実施例2〕研磨材の平均粒径2 μ mの研磨テープ及び1 μ mの研磨テープをそれぞれ1本ずつ用い且つそれぞれの研磨テープによる研磨部のテンションを6g/mmとする以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0077】〔実施例3〕研磨材の平均粒径1 μ mの研

磨テープは用いずに、平均粒径2 μ mの研磨テープのみを2本用い且つ当該研磨テープによる研磨部のテンションをそれぞれ6g/mmとする以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0078】〔比較例1〕バックコート層に含まれるカーボンブラックに、大粒径カーボンブラック〔平均粒径：0.27 μ m、TB5024（東洋インキ製造）〕を3部加え、研磨材の平均粒径2 μ m及び平均粒径1 μ mの研磨テープをそれぞれ1本ずつ用い且つそれぞれの研磨テープによる研磨部のテンションを6g/mmとする以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0079】〔比較例2〕中間層塗料および磁性塗料の同時重層塗布に代えて逐次重層塗布を用い、且つ研磨処理およびクリーニング処理を行わない以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0080】〔比較例3〕研磨材の平均粒径1 μ mの研磨テープは用いずに、平均粒径2 μ mの研磨テープのみを2本用い且つ当該研磨テープによる研磨部のテンションをそれぞれ5.5g/mmとする以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0081】実施例および比較例で得られた磁気テープについて、磁性層の中心線平均粗さRa、スキューネスRsk及び負荷比Tp=90%となるスライスレベル（最大高さRpからの深さ）を、それぞれ上述した方法により測定した。その結果を表1に示す。

【0082】〔性能評価〕実施例および比較例で得られた磁気テープについて、その性能を評価するため、10m当たりのドロップアウト数および再生出力を下記の方法で測定した。その結果を表1に示す。

【0083】<10m当たりのドロップアウト数>パンケーキサーティファイヤを用い、260×10 μ mのドロップアウトを1個として数え、10m当たりのドロップアウト数を求めた。10m当たりのドロップアウト数は15以下であることが望ましい。

【0084】<再生出力>記録波長0.932 μ mにおける再生出力を、比較例3を100%とする相対値で求めた。

【0085】

40 【表1】